

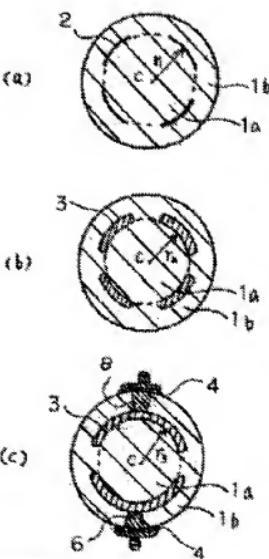
# SILICON NITRIDE CERAMIC HEATER AND ITS MANUFACTURE

Publication number: JP2000340350  
Publication date: 2000-12-08  
Inventor: UCHIMURA HIDEKI  
Applicant: KYOCERA CORP  
Classification:  
- international: H05B3/48; H05B3/42; (IPC1-7): H05B3/48  
- European:  
Application number: JP19990150155 19990528  
Priority number(s): JP19990150155 19990528

[Report a data error here](#)

## Abstract of JP2000340350

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a ceramic heater capable of heating from room temperature to a high temperature of 1000 deg.C or higher, preventing stress concentration within the heater even when severe heat cycles are applied, and enhancing durability, and provide the manufacturing method thereof. **SOLUTION:** This silicon nitride ceramic heater is formed by burying a resistance heating element 2 and a lead wire 3 within a rod insulating base 1 made of silicon nitride base ceramic and installing a connecting terminal part 4 electrically connected to the lead wire 3 in the outer peripheral part of the insulating base 1, and wherein the rod insulating base 1 is constituted with a core part 1a and a shell part 1b formed in the surrounding of the core part 1a, the resistance heating element 2 and the lead wire 3 are formed with a conductor material having practically the same composition in a concentric circle region from the center of the rod insulating base 1 and in almost the symmetrical position, and the shell part 1b is made seamless.



\* NOTICES \*

JPO and INPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1]Lay a resistance heating element and a lead wire under the inside of a cylindrical insulating base which consists of nature ceramics of silicon nitride, and while, In a ceramic heater which forms a connecting terminal section electrically connected with said lead wire at a peripheral part of said insulating base, A ceramic heater made from silicon nitride characterized by a joint not existing in said shell part while said resistance heating element and said lead wire are formed in a concentric circle region from the center of said cylindrical insulating base with a conductive material of the same presentation that contains a metallic component and a mineral constituent substantially.

[Claim 2]The ceramic heater made from silicon nitride according to claim 1, wherein line width and/or thickness in said resistance heating element and said lead wire differ from each other.

[Claim 3]The ceramic heater made from silicon nitride according to claim 1 which two or more said resistance heating elements' or said lead wires' having regular intervals in a cross section of said heater, and forming in a concentric circle region.

[Claim 4]A manufacturing method of a ceramic heater made from silicon nitride characterized by comprising the following.

a process of producing a cylindrical core Plastic solid with a ceramics composition which uses silicon nitride as the main ingredients.

b process which carries out covering formation of a resistance heating element pattern and the lead wire pattern with a conductive material of the same presentation substantially of containing a metallic component and a mineral constituent on the surface of said cylindrical Plastic solid.

c process of drying and forming insulating shell in the surface of said resistance heating element pattern of said cylindrical core Plastic solid, and said lead wire pattern after immersing said cylindrical core Plastic solid into a slurry containing said ceramics composition.

d process of calcinating a composite molding body obtained by said c process in a non-oxidizing atmosphere.

[Claim 5]A manufacturing method of the ceramic heater made from silicon nitride according to claim 4 after said b process's forming a resistance heating element pattern and a lead wire pattern in a predetermined transfer sheet, wherein it consists of a process of transferring this pattern to said cylindrical core molded body surface.

[Claim 6]A manufacturing method of the ceramic heater made from silicon nitride according to claim 4 calcinating said calcination in a pressurized nitrogen gas atmosphere.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the ceramic heater made from silicon nitride excellent in the endurance which can be used for the large areas the object for electronic parts, the object for industrial machines, for cars, etc., and its manufacturing method.

#### [0002]

[Description of the Prior Art]Conventionally, with conductive paste, the ceramic sheet which carried out covering formation of a resistance heating element pattern and the lead wire pattern at the surface is twisted around the surface of the ceramic core which consists of rod-like structures, and, as for the ceramics heater, what was calcinated is known on it, for example.

The heater for heating the sensor part in the oxygen sensor for detecting especially the oxygen density in exhaust gas is begun, and it is used in the broad field.

[0003]Conventionally, a ceramic heater the ceramics composition which uses alumina as the main ingredients on the surface of the cylindrical core Plastic solid produced by carrying out extrusion molding, for example. The ceramic sheet which printed the resistance heating element pattern and the lead wire pattern is twisted, it unifies, and after calcinating, what carried out plating treatment of the conductive material to the periphery, and formed the connection terminal part is known.

[0004]In the heater which makes the conventional alumina ceramics an insulating base, the cooking temperature was about at most 200 \*\*, and it was unsuitable for temperature of not less than 1000 \*\* which is represented by an oxygen sensor, glow plug, etc. as a heater which can carry out rapid temperature-up heating. So, these days, in order to raise the rapid temperature-up performance, using the nature ceramics of silicon nitride excellent in heat resistance, thermal shock resistance, etc. as an insulating base material is proposed.

[0005]As such a ceramic heater made from silicon nitride, The method of laying the metal wire 11 of tungsten under the inside of cylindrical nature Plastic solid 10 of silicon nitride, and carrying out hotpress calcination, as shown in drawing 3, The plate-like heater etc. which piled up the insulation sheet on the uncalcinated ceramic compact substrate face after printing the conductive paste which prepared metal powder and insulating powder, such as W, to a predetermined resistance heating element pattern and lead wire pattern, and carried out hotpress calcination are known.

[0006]According to the ceramic heater, only a heater tip is made to generate heat and to prevent the rise in heat as the whole heater is desired. Therefore, the thing for which the rate of resistance ratio of the resistance heating element and lead wire in a ceramic heater is raised and which in other words make resistance of a lead wire extremely small is needed.

[0007]Forming to such a demand, respectively with the conductive material in which a resistance heating element and a lead wire differ from resistance etc. is proposed in JP,3-149791,A etc.

#### [0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]However, in the method of laying a metal wire underground and carrying out hotpress calcination as a cylindrical ceramic heater, in the conventional ceramic heater. There is a problem that grinding and polish are required and serve as a high cost eventually [ since only production of a single configuration can be performed and the sintered compact surface is ruined ]. In the

method of twisting around a core molded body surface the sheet-shaped Plastic solid which carried out print coating of the conductive paste, and calcinating it. a sheet-shaped Plastic solid — twisting — since a joint will be formed inevitably, to a not less than 1000 \*\* pyrosphere, it was [ which repeats rapid temperature up ] alike, and followed, and the starting point of the joint was carried out and there was a problem of degrading endurance — a crack occurs.

[0009]Although the plate-like ceramic heater could be easily produced as compared with the cylindrical ceramic heater, since it had anisotropy in the mechanical property, with final flat plate shape, there was a problem that the reliability at the time of using it under a severe condition was inferior.

[0010]When the method of forming a resistance heating element and a lead wire with a conductive material of a different kind raises the rate of resistance ratio, it is effective, but. Since it became easy to generate stress inside a heater when simultaneous calcination is carried out with an insulating base, since the physical properties of a conductive material differ, when used by a severe condition, there was a problem of an open circuit or an insulating base breaking.

[0011]This invention can be heated from a room temperature to a not less than 1000 \*\* elevated temperature, and an object of this invention is to provide the ceramic heater made from silicon nitride which prevented the stress concentration inside a heater and was excellent in durable performance when a severe thermal excursion was added, and its manufacturing method.

[0012]

[Means for Solving the Problem]As a result of this invention person's repeating examination variously to the above-mentioned technical problem, while constituting by a rod-like structure as heater structure, While forming a resistance heating element and a lead wire in a concentric circle region from the center of a cylindrical insulating base with the same conductive material substantially, it found out that the above-mentioned purpose could attain the resistance heating element and lead wire by losing a joint in a wrap shell part.

[0013]Namely, a ceramic heater made from silicon nitride of this invention, Lay a resistance heating element and a lead wire under the inside of a cylindrical insulating base which consists of nature ceramics of silicon nitride, and while, In a ceramic heater which forms a connecting terminal section electrically connected with said lead wire at a peripheral part of said insulating base, While said resistance heating element and said lead wire are formed in a concentric circle region from the center of said cylindrical insulating base with a conductive material of the same presentation that contains a metallic component and a mineral constituent substantially, a joint does not exist in said shell part.

[0014]In this composition, it is desirable for two or more said resistance heating elements or said lead wires to have regular intervals in that line width and/or thickness in said resistance heating element and said lead wire differ from each other and a cross section of a heater, and to come to be formed in a concentric circle region.

[0015]As a manufacturing method of a ceramic heater made from silicon nitride, a process of producing a cylindrical core Plastic solid with a ceramics composition which uses silicon nitride as the main ingredients, b process which carries out covering formation of a resistance heating element pattern and the lead wire pattern with a conductive material of the same presentation substantially of containing a metallic component and a mineral constituent on the surface of said cylindrical Plastic solid, Said cylindrical core Plastic solid is dried after being immersed into a slurry containing said ceramics composition, c process of forming insulating shell in the surface of said resistance heating element pattern of said cylindrical core Plastic solid and said lead wire pattern, and d process of calcinating a composite molding body obtained by said c process in a non-oxidizing atmosphere are provided.

[0016]According to this manufacturing method, it is desirable to calcinate that said b process consists of a process of transferring this pattern to said cylindrical core molded body surface after forming a resistance heating element pattern and a lead wire pattern in a predetermined transfer sheet, and said calcination in a pressurized nitrogen gas atmosphere.

[0017]

[Function]The core part which consists of nature ceramics of silicon nitride according to the ceramic heater made from silicon nitride of this invention, Inside the cylindrical insulating base which comprises a shell part formed in the circumference, By forming a resistance heating element and a lead wire in a concentric circle region from the center of said cylindrical insulating base with the conductive material of

the same presentation substantially, and making said shell part into structure without a joint. Each members forming which constitutes a heater when repetition rapid temperature-up heating is carried out. That is, generating of the stress by the property difference by the insulating base, the resistance heating element, and a lead wire, etc. can be reduced, generating of the crack to an insulating base, an open circuit of a resistance heating element and a lead wire, etc. can be prevented, and the endurance of a ceramic heater can be improved.

[0018]Especially said resistance heating element and said lead wire, [ in order / containing a metallic component and an insulating ingredient / to form with the conductive material of the same presentation substantially it is possible to adjust the rate of resistance ratio by changing line width and/or thickness, and / in the cross section of a heater ]. By forming two or more said resistance heating elements or said lead wires in a concentric circle region with regular intervals, concentration of stress can be prevented further and endurance can be improved further.

[0019]To the cylindrical core molded body surface which consists of a nature ceramics composition of silicon nitride as a manufacturing method. It dries after carrying out covering formation of a resistance heating element pattern and the lead wire pattern with the conductive material of the same presentation substantially and being immersed into the slurry containing said ceramics composition. By forming insulating shell in the surface of said resistance heating element pattern of said cylindrical core Plastic solid, and said lead wire pattern, When shell can be formed by uniform thickness [ be / no joint ] and the composite molding body is calcinated as a result, generating of the crack at the time of calcination, an open circuit, etc. can be controlled by a firing shrinkage action uniform as the whole heater.

[0020]The pattern to the core Plastic solid which consists of curved surfaces can be formed with the easily and sufficient yield by forming formation of the resistance heating element pattern to the surface of a core Plastic solid, and a lead wire pattern by transfer from a predetermined transfer sheet especially. And by this method, since it becomes it twists and unnecessary [ sheet forming art is unnecessary, and / complicated processes, such as processing ], since it is not necessary to produce a sheet-shaped Plastic solid, simplification of a process and reduction of a manufacturing cost can be aimed at compared with the former. Said calcination is calcinated in the pressurized nitrogen gas atmosphere.

[0021]

[Embodiment of the Invention]Hereafter, this invention is explained in full detail. The outline perspective view of the ceramic heater of this invention was shown in drawing 1(a), and the sectional view of the longitudinal direction was shown in drawing 1(b). As shown in drawing 1, the resistance heating element 2 and the lead wire 3 of the couple are laid under the inside of the cylindrical insulating base 1 which the ceramic heater made from silicon nitride of this invention becomes from the nature ceramics of silicon nitride.

The connecting terminal section 4 of the couple electrically connected with the lead wire 3 is formed in the peripheral part of the insulating base 1.

[0022]The cross-sectional view of (a) resistance heating element 2 formation part ( $Y_1-Y_1$ ) of the ceramic heater of drawing 1, the cross-sectional view of (b) lead wire 3 formation part ( $Y_2-Y_2$ ), and the cross-sectional view of the (c) connecting terminal section ( $Y_3-Y_3$ ) were shown in drawing 2, respectively.

[0023]The insulating base 1 in the ceramic heater of this invention is constituted by the ceramic core part 1a and its shell part 1b so that clearly from drawing 2.

The resistance heating element 2 and the lead wire 3 from consisting of structure laid under the circumference of the ceramic core part 1a by each as at least one pair of wiring. On each cross section of a ceramic heater, the resistance heating element 2 or the lead wire 3 is formed in the concentric circle region of  $r_1$ ,  $r_2$ , and  $r_3$  from the center C of the rod-like structure, respectively.

Thus, by forming the resistance heating element 2 and the lead wire 3 in a concentric circle region, generating of local stress can be prevented, generating of distortion can be controlled at the time of severe thermal excursion impression, and endurance can be improved. A concentric circle region means that the difference of the distance from the center in each cross section can approve to about \*\*0.2 mm.

[0024]Desirably, as shown in drawing 2, these can control generating of distortion further by forming at

equal intervals in a concentric circle region, respectively by carrying out even-piece (drawing 2-4) formation of the resistance heating element 2 and the lead wire 3 on each cross section.

[0025]As for the above-mentioned shell part 1b, it is desirable for the thickness to be 0.3-1.5 mm. When the heating rate of a heater surface will become slow if the above-mentioned thickness is thicker than 1.5 mm, and this is thinner than 0.3 mm, it is for porcelain destruction to arise by a thermal shock.

[0026]In the ceramic heater of the above-mentioned composition, although the resistance heating element 2 and the lead wire 3 are formed by each with a conductive material, In order to raise the heating efficiency only by the resistance heating element 2, it is desired for the rate of resistance ratio of the resistance heating element 2 and the lead wire 3 (a resistance heating element/lead wire) to be large.

[0027]The resistance heating element 2 and the lead wire 3 in this resistance adjustment for example, When it forms with a different conductive material into which the content ratio of a conductive component and an insulating ingredient was changed that is, the resistance heating element 2 with a high resistance conductor. Since other physical properties, like the thermal expansion characteristic of each conductive material itself differs from the particle diameter of a firing shrinkage action and an electric conduction ingredient differ when the lead wire 3 is formed with a low resistance conductor. When the time of simultaneous calcination with an insulating base or a thermal excursion is impressed, it becomes easy to produce distortion etc. as the whole heater, and endurance will fall.

[0028]Since the resistance heating element 2 and the lead wire 3 are formed by each with the conductive material of the same presentation according to the ceramic heater of this invention, in order to raise the rate of resistance ratio with the resistance heating element 2 and the lead wire 3, the thickness and the line width of each conductor adjust. Since there is a possibility that stress concentration may occur with unusual heating in the level difference part, and an open circuit, destruction of an insulating base, etc. may arise when the thickness difference of the resistance heating element 2 and the lead wire 3 becomes large in that case, It is larger than the thickness of the resistance heating element 2 between the resistance heating element 2 and the lead wire 3, and it is desirable to allocate the wiring 5 for connection which has the thickness of a middle target smaller than the thickness of the lead wire 3.

[0029]About the identity of said conductive material, it sets with the content ratio of the metallic component in a conductor, and the content can permit less than \*\*5 volume %, and if the difference exceeds 5 volume %, endurance will fall [ the characteristic between conductors ] instead.

[0030]In the ceramic heater of this invention, the lead wire 3 and the connecting terminal section 4 formed in the peripheral part of the insulating base 1, As shown in drawing 1 (b) and drawing 2 (c), it is electrically connected by the through hole conductor 6 formed in the insulating base 1, and the metal terminal 7 which consists of low-thermal-expansion metal, such as a covar alloy and an invar alloy, is connected to the connecting terminal section 4 by spot welding or the filter medium.

[0031]As for said through hole conductor 6, as shown in the cross-sectional view of drawing 2 (b), it is desirable for near a terminal area with the connecting terminal section 4 of the through hole conductor 6 to have the taper part 8 to which a hole diameter becomes large at the connecting terminal section side. This is for easing the stress produced according to thermal expansion difference in the through hole conductor 6, and raising endurance.

[0032]As for this through hole conductor 6, as shown in the cross-sectional view of drawing 2 (b), it is desirable to form in the position which is contrasted to the center of the cylindrical insulating base 1 to the cylindrical insulating base 1. This is for controlling generating of distortion by formation of a through hole conductor while simplifying the bonding process of a terminal.

[0033]In the ceramic heater constituted in this way, current is supplied to the resistance heating element 2 from the power supply which is not illustrated via the two metal terminals 7, when current passes the resistance heating element 2, electrical energy is transformed into thermal energy, and the temperature of the tip part of a heater rises.

[0034](Insulating base) The insulating base 1 in the ceramic heater made from silicon nitride of this invention comprises ceramics which use silicon nitride as the main ingredients, in order to have thermal shock resistance and high intensity and to improve endurance.

[0035]These nature ceramics of silicon nitride make beta type silicon nitride a main crystal phase. It is constituted as a sintering aid ingredient by the grain boundary phase by the crystal phase or glass phase which contains a rare earth element, oxygen, and silicon at least.

It is desirable desirably for the crystal phase to exist in the grain boundary, and it is good to carry out the main phase especially of the die silicate ( $RE_2Si_2O_7$ ) crystal phase, and to deposit it. By depositing a DAISHI lied phase as a main phase as a grain boundary crystal phase, the corrosion according [ having high oxidation resistance, when an insulator contacts oxygen of the open air at the time of generation of heat, and ] to oxidation of a base material can be prevented, and the long-term stability of the base material can be improved.

[0036]It is desirable for the mole ratio expressed with  $SiO_2/RE_2O_3$  of the oxide conversion of all the rare earth elements in a sintered compact and the  $SiO_2$  equivalent unit of impurity oxygen to the sintered compact grain boundary of an insulator in relation to depositing a die silicate phase to be two or more. [0037]This amount of impurity oxygen is the remaining amounts of impurity oxygen that deducted the oxygen combined with the rare earth element oxide added as a sintering aid etc., or other oxides (except for  $SiO_2$ ) at the rate of a stoichiometric ratio from the total amount of oxygen. It consists of impurity oxygen specifically contained in silicon nitride powder, or oxygen added as  $SiO_2$  powder. The grain boundary of a sintered compact can raise endurance further by making it crystallize thoroughly.

[0038]If the above-mentioned  $SiO_2/RE_2O_3$  ratio is smaller than two, the crystal phase containing nitrogen of the YAM phase which contains many nitrogen components in a grain boundary phase, or apatite equality will mainly generate, and, thereby, oxidation resistance will deteriorate. However, as for the above-mentioned mole ratio, if a  $SiO_2/RE_2O_3$  ratio becomes high too much, in order to check eburnation, controlling or less to five is desirable.

[0039]As a rare earth element contained in the nature ceramics of silicon nitride, Y, Er, Yb, Lu, Sm, etc. are desirable. Although there is no significant difference with a big room-temperature property between these elements, it depends for the elevated-temperature characteristic on the melting point of the grain boundary phase to generate. Therefore, Lu, Yb, and Er are preferred, judging from the melting point of the die silicate to generate being higher. As for this rare earth element, it is desirable in a sintered compact % and to 1-10-mol exist at 2-5-mol% of a rate especially at oxide conversion.

[0040]In the above-mentioned nature ceramics of silicon nitride, it is desirable for aluminum and the amounts of Mg which are contained in a sintered compact to be 0.5 or less % of the weight and especially 0.1 more % of the weight or less 1.0 or less % of the weight in the whole quantity by oxide conversion. It is because grain boundary crystallization is easy to be checked and desired oxidation resistance may not no longer be acquired, when these ingredients exist in much quantity rather than the above. As for the metal of others [ Fe content ], such as 10000 ppm or less, Cr, and nickel, as a positive ion impurity element of the above-mentioned metallic element, it is desirable respectively that it is 1000 ppm or less.

[0041]in addition — the inside of the above-mentioned nature ceramics of silicon nitride — the [ periodic table ] — naturally it is also possible to carry out addition distribution of a proper quantity of particulate materials and whiskers, such as 4a, 5a, 6a group element metal, those carbide, a nitride, a silicide or SiC, to composite-ize, and to improve the characteristic.

[0042](Conductive material) As for the resistance heating element 2, the lead wire 3, and the wiring 5 for connection, to be formed by the insulating base 1 and simultaneous calcination is desirable again. In using the nature ceramics of silicon nitride as the insulating base 1, It is desirable to make at least one sort in silicon nitride, boron nitride, and silicon carbide contain as quality of a dispersed matter to these main ingredients further by using as the main ingredients at least one sort chosen from the group of W, Ta, Mo and its carbide, and a nitride.

[0043]This quality of a dispersed matter is an auxiliary agent for improving the auxiliary agent for adjusting resistance of the resistance heating element 2, the auxiliary agent for making a thermal expansion characteristic approximate with an insulating base, a simultaneous degree of sintering with the insulating base 1, and the adhesion to the insulating base 1, and a thing for controlling the grain growth of a resistance heating element further.

It is desirable for silicon nitride to distribute boron nitride by one to 10 weight section, to distribute it by five to 30 weight section, and to distribute silicon carbide at a rate of two to 15 weight section to the main-ingredients 100 above-mentioned weight section, respectively.

[0044]Although silicide phases, such as the silicide phase of the main metal in a conductor, for example,  $\text{WSi}_2$ ,  $\text{TaSi}$ , and  $\text{MoSi}_2$ , may exist in a contact interface with the insulating base 1 of the resistance heating element 2, the lead wire 3, and the wiring 5 for connection which consist of the above-mentioned conductor, In that case, as for especially the thickness of a silicide phase, it is desirable that it is 5 micrometers or less 10 micrometers or less.

[0045](Manufacturing method) An example for manufacturing the ceramic heater made from silicon nitride of this invention is explained concretely.

(a) Positive ion impurity quantity uses alpha type of 10000 ppm or less, or beta type silicon nitride powder as a main raw material which forms a cylindrical insulating base first. And a rare earth element oxide is added as a sintering aid to this silicon nitride powder at 1~10-mol %, especially 2~5-mol% of a rate. As an addition ingredient, otherwise  $\text{SiO}_2$  can be added and the amount of oxygen can also be adjusted. When aluminum $_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ , etc. raise the intensity at the time of an elevated temperature, it is desirable to control 1.0 or less % of the weight in total to 0.5 or less % of the weight and especially 0.1 more% of the weight or less.

[0046]as mentioned above, when a sintered compact grain boundary deposits a die silicate crystal phase -- the [  $\text{SiO}_2$  equivalent unit / of impurity oxygen in the Plastic solid after shaping /, and periodic table ] -- the  $\text{SiO}_2/\text{RE}_2\text{O}_3$  mole fraction with the amount of oxide conversion of 3a group element is adjusted so that it may become two or more.

[0047]And preferential grinding of these is carried out with a ball mill etc. Thus, a cylindrical Plastic solid is produced with a publicly known forming process, for example, an extrusion method, the obtained powder mixture is cut to required length after drying this, and a core Plastic solid is produced. This core Plastic solid is producible also by injection molding process and a casting method in addition to an extrusion method.

[0048]In this way, as for the produced core Plastic solid, it is desirable to give degreasing and a calcination process before the conductive pattern formation mentioned later. This is to become easy to produce the stacking fault accompanying degasifying in a pattern part at the time of the de binder of a core part.

[0049]What is necessary is just to carry out a degreasing process at 300~1000 \*\* in a non-oxidizing atmosphere, and, as for temporary quenching treatment, it is desirable to heat-treat at 1200~1500 \*\*, and to elaborate to relative density 1.4 ~ a 1.6 g/cm<sup>3</sup> grade in a non-oxidizing atmosphere.

[0050](b) Next, on the surface of the acquired cylindrical Plastic solid, to conductor components whose mean particle diameter is 0.1~10 micrometers and which were mentioned above, such as tungsten and molybdenum, add insulating ingredients, such as silicon nitride, carry out resistance adjustment, and prepare conductive paste. And covering formation of the pattern of a resistance heating element and a lead wire is carried out using this conductive paste.

[0051]It is desirable to use a replica method for formation of this resistance heating element and a lead wire pattern. According to this replica method, a resin film is first prepared as a transfer sheet. As for this film, PET (polyethylene terephthalate), PP (polypropylene), PTFE (polytetrafluoroethylene), etc. are used suitably. Release agents, such as silicone resin, may be beforehand applied to the pattern formation face of this transfer film.

[0052]Screen thick film screen printing of the conductive paste in which resistance adjustment was carried out by conductive materials, such as tungsten, insulating materials, such as silicon nitride, etc. is carried out to a resistance heating element pattern and a lead wire pattern by turning the mold release surface of this resin film up, and making a squeegee drive. When the thickness of a resistance heating element pattern and a lead wire pattern differs, it is desirable to carry out screen thick film screen printing to a transfer sheet in several steps.

[0053]Next, since a printing surface consists of rugged surfaces in the above-mentioned printing surface according to the thickness of a resistance heating element pattern and a lead wire pattern, and those thickness differences, in order to equalize this rugged surface, It is desirable to carry out screen thick film screen printing of the paste which consists of a silicon nitride ceramics composition by the same method as the above between a resistance heating element or a lead wire pattern, and to make it the overall

thickness difference of a lead wire pattern part and a resistance heating element pattern part set to 20 micrometers or less.

[0054]It is desirable to carry out thick film screen printing of the overcoat layer of the 5-30-micrometer quality of silicon nitride which becomes the surface of the resistance heating element pattern and a lead wire pattern from the same silicon nitride ceramics composition as a core Plastic solid.

[0055]And a transfer sheet, each conductive pattern, and an overcoat layer are fully stuck by pressure with a 1 axis pressing machine etc. after desiccation. This equalizes the thickness of the transfer layer which consists of each conductive pattern and an overcoat layer, and there is a merit of making easy further thickness control at the time of printing the resistance heating element 4. That is, as a result of being able to eliminate the pore in the resistance heating element 4 and being able to carry out generation of the neck at the time of calcination to regularity, the resistance of the resistance heating element 4 can be stabilized. Forming an overcoat layer can control generating of the stacking fault after sintering while being able to improve the adhesion of a core Plastic solid, and a resistance heating element pattern and a lead wire.

[0056]As for the printing surface of a transfer sheet, protecting with a mold release protective sheet etc. is desirable until a transfer process is carried out. Mass production nature can also be improved to a transfer sheet by forming two or more sets of resistance heating element patterns, and a lead wire pattern.

[0057]And the resistance heating element pattern and lead wire pattern which were formed in the transfer sheet surface as mentioned above are transferred on the surface of the core Plastic solid produced by the (a) process with the overcoat layer.

[0058]In a transfer process, first, from the transfer sheet which printed the resistance heating element pattern and the lead wire pattern, cut out 1 set of patterns suitably and they are produced, After screen-stenciling an adhesion layer on the surface, it can transfer by sticking a resistance heating element pattern and a lead wire pattern to the surface of a core Plastic solid on the surface of a core Plastic solid via an adhesion layer with an overcoat layer, and removing only a transfer sheet.

[0059](c) After that, form the insulating layer used as shell in the surface of a resistance heating element and the core Plastic solid in which the pattern of the lead wire was transferred, and produce a heater Plastic solid. In formation of this insulating layer, prepare the slurry which includes a core Plastic solid for the ceramics composition of said quality of silicon nitride, and it dries after being immersed into this slurry. Insulating shell can be formed in the surface of said resistance heating element pattern of said cylindrical core Plastic solid, and said lead wire pattern. The thickness of an enveloping layer can be easily prepared with the viscosity of a slurry, the raising speed after immersion, etc.

[0060](d) And calcinate the heater Plastic solid produced as mentioned above in 1700-1900 \*\* nitrogen content atmosphere. Since silicon nitride may decompose depending on calcination temperature at this time, it is desirable to calcinate in the application-of-pressure nitrogen atmosphere of 1.5 atmospheres or more of nitrogen pressure. calcinating by nitrogen gas application-of-pressure calcination, especially, in the nitrogen pressure power of 1800-1900 \*\* and 30 atmospheres or more, after calcinating in the nitrogen pressure power of 1700-1800 \*\* and 1.5-30 atmospheres -- eburation -- silicification of conductors, such as a resistance heating element, -- formation of a phase can be controlled.

[0061]The sintered compact which was more excellent in endurance is producible by performing hydrostatic pressure calcination between heat at 1600-1900 \*\* in an inert atmosphere of 1000 atmospheres or more after the above-mentioned burning method.

[0062](e) in addition, the through hole conductor for connecting with a connection terminal part and a lead wire, After calcination, a through hole is formed in the prescribed spot of a cylindrical sintered compact with laser or a micro drill, After being filled up with the conductive paste which uses at least one sort in Au, Pd, and Pt as the main ingredients in the through hole, further, print coating of the conductive paste of the above-mentioned presentation on the surface of a cylindrical sintered compact is carried out to the pattern of a connection terminal part, and it can form by printing and processing at 1100-1200 \*\*.

[0063]After being filled up with the paste which formed the resistance heating element etc. after forming a through hole similarly to the heater Plastic solid after the (c) process as other methods and printing the pattern of a connection terminal part, it may calcinate by the firing condition mentioned above.

[0064]Although it is desirable to form the tapered shape that the hole diameter by the side of a connecting terminal section becomes large, at the time of through hole conductor formation, this tapered shape irradiates with a laser beam from the connection terminal part side, and can form it by carrying out hole

formation.

[0065](f) After that, after making the pad made from a covar alloy weld by resistance to nickel lead beforehand to the above-mentioned connecting terminal section, a ceramic heater is completed by low attachment junction or by carrying out ultrasonic welding in this pad section at a connection terminal part. [0066]Hereafter, the characteristic operation effects about the manufacturing method of the ceramic heater of this embodiment are enumerated. (1) From a nature web material of ceramics like before not being used, an expensive doctor blade device also becomes unnecessary and can reduce facility cost. The cost reduction of production of a technical difficult thick film sheet becomes needlessness and two or more sheet lamination are unnecessary, and possible.

[0067](2) Once carrying out print coating of the conductive paste to a transfer sheet flat surface, in order to make it transfer, the inconvenience at the time of printing to the curved surface of a cylindrical core Plastic solid like before is canceled. That is, since a resistance heating element can be formed with sufficient accuracy, it becomes controllable [ resistance ] (stabilization), and the resistance yield can be improved and a cost cut becomes possible.

[0068](3) Without using the conventional hotpress calcination, since it can form by nitrogen application-of-pressure calcination, grinding process processes can be reduced, and extensive calcination is attained, and large cost reduction can be planned.

[0069](4) By carrying out flattening with a 1 axis press, before transferring the pattern etc. which were formed in the transfer sheet, unevenness of a printing surface is lost, the stacking fault after transfer and insulating-layer covering is lost, and durable performance can be improved.

[0070]

[Example] Example 1 (a) Positive ion impurity quantity first to 84 % of the weight of silicon nitride powder which is 90% of a rate of alpha of 1000 ppm or less. The sum total with the quantity which converted  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  12% of the weight, and  $\text{SiO}_2$ -converted the amount of oxygen in silicon nitride powder for silicon oxide as a sintering aid carried out mixed stirring of the constituent which consists of 1 % of the weight of tungstic oxide with the barrel mill 3% of the weight for 72 hours.

[0071]This mixture was taken out, after desiccation, glycerin and water were added as methyl cellulose, polyvinyl alcohol resin, and a solvent, after-stirring \*\*\*\* was produced as an organic component, and a cylindrical core Plastic solid 3.2 mm in diameter was produced in extrusion molding.

[0072](b) Next, acetone was added for 90 % of the weight of tungsten, and 10 % of the weight of the above-mentioned silicon nitride constituents as an acrylic resin, a terpineol, a dispersing agent, and a solvent, in the tumbling mill, after mixed stirring, acetone was deaerated and conductive paste was prepared.

[0073]By screen-stencil, the resistance heating element and the lead wire were formed with screen printing one by one on the PET film at predetermined thickness using this conductive paste, respectively. It was processed so that it might become the taper T as the terminal area of a resistance heating element and the wiring for connection and the terminal area of the wiring for connection and a lead wire show to drawing 1 (b). Then, the slurry containing said silicon nitride constituent was applied to the surface of a resistance heating element and a lead wire, and the overcoat layer was formed in it. Embedding desiccation was carried out.

[0074]To the nature ceramics composition of silicon nitride in the transfer face of the above-mentioned transfer sheet And an acrylic resin, Add acetone as a terpineol, a dispersing agent, and a solvent, and in a tumbling mill After mixed stirring, After screen-stenciling the adhesion layer which deaerated and adjusted acetone, it was made to stick to the surface of said core Plastic solid, only the PET film was torn off, and the core molded body surface was made to transfer a resistance heating element, a lead wire, and an overcoat layer.

[0075]To a silicon nitride constituent, after that (c) Butyral resin, glycerin, Water was added as a defoaming agent and solvent, in the tumbling mill, after mixed stirring, it deaerated, the slurry for fleshing was prepared, dipping, raising, and desiccation were repeated for the core Plastic solid transferred [ above-mentioned ] to this slurry, and the \*\*\*\*\* heater Plastic solid was produced.

[0076]And this heater Plastic solid was calcinated at 1850 \*\* under 70-atmosphere nitrogen gas pressure power atmosphere for 11 hours, after making a part for organicity decompose at 900 \*\*.

[0077]Then, after forming in the end of a cylindrical sintered compact the through hole whose hole

diameter which reaches a lead wire by a laser beam from the side is 0.4 mm, It was filled up with the metallizing paste which uses gold as the main ingredients, and after carrying out print coating of the above-mentioned golden paste, vacuum firing of the pattern which serves as a connection terminal part further in the through hole conductor formation point of the side of a cylindrical sintered compact was carried out at 1100 \*\*. It heat-treated and joined to the pad made from cover which welded by resistance the lead which furthermore consists of nickel 0.2 mm in diameter, and 1000 \*\*, and the ceramic heater was produced.

[0078]The produced ceramic heater consists of a rod-like structure whose diameters are 3.2 mm and 55 mm in length. The average thickness of 2.4 mm and a shell part of the core diameter of the insulating substrate was 0.4 mm. The thickness of the resistance heating element set thickness of 20 micrometers and a lead wire to 250 micrometers, and made the 80-micrometer-thick wiring for connection intervene between a resistance heating element and a lead wire.

[0079]Each allocated a resistance heating element and four lead wires on the cross section, and they were formed so that it might become the position of symmetry mutually. Each of resistance heating elements and lead wires was formed in the 1.6mm\*\*0.2mm concentric circle region from the center of the heater as a result of observation of a cross section.

[0080]After impressing current and making it generate heat for 2 minutes at 1300 \*\* to the produced ceramic heater, current was stopped for 1 minute, a maximum of 30000 cycles carried out by having made this into one cycle, and resistance between an anode lead and a negative pole lead was measured every 1000 cycle. And the resistance measured the number of cycles until initial resistance increases not less than 5%. As a result, there is no resistance change after 30000 cycles, and, moreover, a crack, an open circuit, etc. were not seen at all in the heater.

[0081]A green sheet with a thickness of 300 micrometers produced with the doctor blade method using the nature ceramics composition of silicon nitride produced in comparative example 1 Example 1 is produced. Print coating of a resistance heating element pattern and the lead wire pattern was carried out to the surface of this sheet like Example 1, and the still more nearly same adhesion layer as Example 1 on that surface was formed.

[0082]And this green sheet was twisted around the surface of the core Plastic solid produced in Example 1, and the ceramic heater was produced like Example 1 except carrying out the grinding process of the outside to a column body.

[0083]As a result of measuring the number of cycles until a resistance change arises like Example 1 to the produced ceramic heater, the resistance change was accepted in 10000 cycles and the crack and the open circuit had arisen from near the joint of a heater in the circumferential direction.

[0084]In comparative example 2 Example 1, as a paste for a resistance heating element and for lead wires, The paste which changed the content of tungsten which is a conductor component and prepared resistance is produced. Except using the paste of high resistance as an object for resistance heating elements, using the paste of low resistance as the object for lead wires, and wiring for connection, and carrying out print coating, the ceramic heater was produced completely like the above and same evaluation was performed. As a result of measuring the number of cycles until a resistance change arises like Example 1 to the produced ceramic heater, the resistance change was accepted in 12000 cycles and the crack had arisen in the boundary part of a resistance heating element and a lead wire.

[0085]After laying underground so that it may become the section that the cross section of a resistance heating element formation part shows drawing 3 the metal wire which consists of tungsten, using the nature ceramics composition of silicon nitride used in comparative example 3 Example 1, it calcinated at 1650 \*\* by hotpress calcination for 1 hour.

[0086]As a result of measuring the number of cycles until a resistance change arises like Example 1 to the produced ceramic heater, the resistance change was accepted in 10000 cycles and the crack and the open circuit had arisen in the pattern width direction of a heater.

[0087]

[Effect of the Invention]According to this invention, as explained in full detail above, when it can heat from a room temperature to a not less than 1000 \*\* elevated temperature and a severe thermal excursion is added, the stress concentration inside a heater can be prevented and endurance can be improved.

According to the manufacturing method of this invention, since a nature web material of ceramics like before is produced or it becomes twist and unnecessary [ complicated processes, such as processing, ].

simplification of a process and reduction of a manufacturing cost can be aimed at compared with the former.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

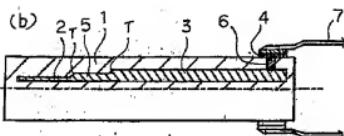
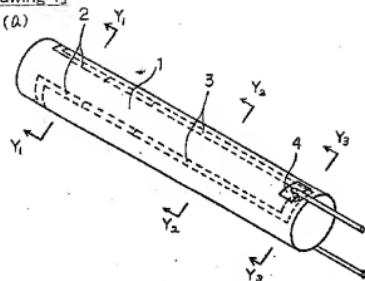
- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

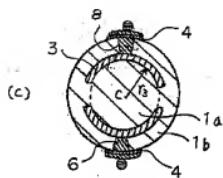
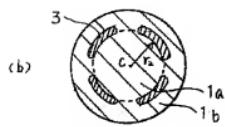
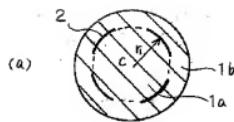
DRAWINGS

---

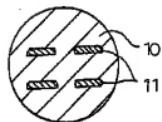
[Drawing 1]



[Drawing 2]



[Drawing 3]



---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2000-340350  
(P2000-340350A)

(43)公開日 平成12年12月8日 (2000.12.8)

(51)Int.CL.<sup>7</sup>  
H 05 B 3/48

識別記号

F 1  
H 05 B 3/48△-□-○(参考)  
3 K 09 2

審査請求 未請求 請求項の数 6 O.L. (全 9 頁)

(21)出願番号	特願平11-150155	(71)出願人	000006633 京セラ株式会社 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
(22)出願日	平成11年5月28日(1999.5.28)	(72)発明者	内村 英樹 鹿児島県国分市山下町1番4号 京セラ株式会社総合研究所内

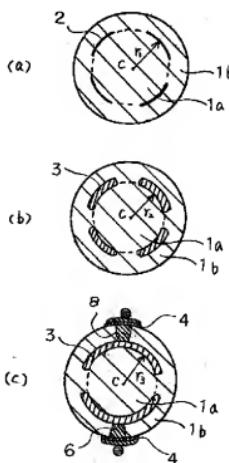
Fターム(参考) 3K092 QA01 QB02 QC13 QB62 QB74  
QB76 QC02 QC13 RA02 RB02  
RB27 RC10 RD09 TT25 UB03  
VV40

## (54)【発明の名称】 室化ケイ素質セラミックヒータおよびその製造方法

## (57)【要約】

【課題】 室温から1000°C以上の高温まで加熱可能で、過酷な熱サイクルが付加された場合においてもヒータ内部での応力集中を防ぎ耐久性能に優れたセラミックヒータとその製造方法を提供する。

【解決手段】 室化ケイ素質セラミックスからなる棒状絶縁基体1内部に、抵抗発熱体2およびリード配線3を埋設してなるとともに、絶縁基体1の外周部にリード配線3と電気的に接続された接続端子部4を形成してなるセラミックヒータにおいて、棒状絶縁基体1がコア部1aと、その周囲に形成されたシェル部1bとから構成され、抵抗発熱体2およびリード配線3が実質的に同一組成の導体材料によって棒状絶縁基体1の中心から同心円領域、かつ略対称位置に形成されているとともに、シェル部1bに雜ざきをなくする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 室化ケイ素質セラミックスからなる棒状絶縁基体内部に、抵抗発熱体およびリード配線を埋設してなるとともに、前記絶縁基体の外周部に前記リード配線と電気的に接続された接続端子部を形成してなるセラミックヒータにおいて、前記抵抗発熱体及び前記リード配線が実質的に金属成分と無機成分とを含有する同一組成の導体材料によって前記棒状絶縁基体の中心から同心円領域に形成されるとともに、前記シェル部に継ぎ目が存在しないことを特徴とする室化ケイ素製セラミックヒータ。

【請求項2】 前記抵抗発熱体および前記リード配線における線幅および／または膜厚が異なることを特徴とする請求項1記載の室化ケイ素製セラミックヒータ。

【請求項3】 前記ヒータの横断面内において、複数個の前記抵抗発熱体または前記リード配線が、等間隔をもって同心円領域に形成されていることを特徴とする請求項1記載の室化ケイ素製セラミックヒータ。

【請求項4】 室化ケイ素を主成分とするセラミック組成物によって、棒状のコア成形体を作製するa工程と、前記棒状の成形体の表面に、金属成分と無機成分とを含有する実質的に同一組成の導体材料によって抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを被着形成するb工程と、前記棒状のコア成形体を、前記セラミック組成物を含むスラリー中に浸漬後、乾燥して、前記棒状のコア成形体の前記抵抗発熱体パターンおよび前記リード配線パターンの表面に絶縁性的のシェルを形成するc工程と、前記c工程によって得られた複合成形体を非酸化性雰囲気中で焼成するd工程と、を具備することを特徴とする室化ケイ素製セラミックヒータの製造方法。

【請求項5】 前記b工程が、所定の転写シートに抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを形成した後、該パターンを前記棒状のコア成形体表面に転写する工程からなることを特徴とする請求項4記載の室化ケイ素製セラミックヒータの製造方法。

【請求項6】 前記焼成、加圧された窒素ガス雰囲気中で焼成することを特徴とする請求項4記載の室化ケイ素製セラミックヒータの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

### 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子部品用、産業機械用及び自動車用等の広範囲に利用しうる耐久性に優れた室化ケイ素製セラミックヒータとその製造方法に関する。

### 【0002】

【従来技術】 従来、セラミックヒータは、例えば、棒状体からなるセラミックコアの表面に、導体ベーストによって表面に抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを被着形成したセラミックシートを巻き付け、焼成したもののが知られており、特に排ガス中の酸素濃度を検

出するための酸素センサにおけるセンサ部を加熱するためのヒータをはじめ、幅広い分野で用いられている。

【0003】 従来より、セラミックヒータは、例えば、アルミニウムを主成分とするセラミック組成物を押出成形して作製された棒状のコア成形体の表面に、抵抗発熱体パターンやリード配線パターンを印刷したセラミックシートを巻き付けて一体化し、焼成した後、外周に導電性材料をメッキ処理して接続用端子部を形成したものが知られている。

【0004】 また、従来のアルミニナセラミックスを絶縁基体とするヒータでは、その加熱温度はせいぜい200℃程度であり、酸素センサ、グローブラグ等に代表されるような1000℃以上の温度に急速昇温加熱できるヒータとしては、不向きであった。そこで、最近では、その急速昇温性能を向上させるために、耐熱性、耐熱衝撃性等に優れた室化ケイ素質セラミックスを絶縁基体材料として用いることが提案されている。

【0005】 このような室化ケイ素製のセラミックヒータとしては、図3に示すように、棒状の室化ケイ素質成形体10の内部にタングステンの金属線11を埋設してホットプレス焼成する方法や、未焼成のセラミック成形体基板表面に、W等の金属粉末と絶縁性粉末とを調合した導体ペーストを所定の抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンに印刷した後、絶縁性シートを重ね合わせてホットプレス焼成した平板状のヒータなどが知られている。

【0006】 また、セラミックヒータによれば、ヒータ先端のみを発熱させ、ヒータ全体としての温度上昇を防ぐことが望まれている。そのため、セラミックヒータにおける抵抗発熱体とリード配線との抵抗比率を向上させる、言い換えればリード配線の抵抗を極端に小さくすることが必要となる。

【0007】 このような要求に対して、抵抗発熱体とリード配線と抵抗値などが異なる導体材料によってそれぞれ形成形成することが特開平3-149791号などにて提案されている。

### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来のセラミックヒータにおいて、棒状のセラミックヒータとして、金属線を埋設しホットプレス焼成する方法では、単一形状の作製しかできず、また焼結体表面が荒れるために最終的に研削および研磨が必要でありコスト高となるという問題があり、また、導体ペーストを印刷塗布したシート状成形体をコア成形体表面に巻き付けて焼成する方法では、シート状成形体の巻き付けによって必然的に継ぎ目が形成されてしまうために1000℃以上の高温域まで急速昇温を繰り返すに従い、継ぎ目を起点としてクラックが発生するなど耐久性を劣化させるなどの問題があった。

【0009】 また、平板状のセラミックヒータは、棒状

のセラミックヒータに比較して容易に作製することができるが、最終的な平板形状では、機械的特性に異方性を有することから過酷な条件下で使用した場合の信頼性が劣るという問題があった。

【0010】また、抵抗発熱体とリード配線とを異種の導体材料によって形成する方法は、抵抗比率を高める上では効果的であるが、導体材料の物性が異なるために絶縁基体と同時に焼成した場合にヒータ内部に応力が発生しやすくなるために、過酷な条件で使用された場合に、断線または絶縁基体が破壊するなどの問題があった。

【0011】本発明は、室温から1000°C以上の高温まで加熱可能で、過酷な熱サイクルが付加された場合においてもヒータ内部での応力集中を防ぎ耐久性能に優れた窒化ケイ素製セラミックヒータとその製造方法を提供することを目的とするものである。

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の課題に対して種々検討を重ねた結果、ヒータ構造として棒状体によって構成するとともに、抵抗発熱体およびリード配線を実質的に同一の導体材料によって棒状絶縁基体の中心から同心円領域に形成するとともに、その抵抗発熱体およびリード配線を覆うシェル部において離ぎ目をなくすことによって上記目的が達成できることを見いだした。

【0013】即ち、本発明の窒化ケイ素製セラミックヒータは、窒化ケイ素質セラミックスからなる棒状絶縁基体内部に、抵抗発熱体およびリード配線を埋設してなるとともに、前記絶縁基体の外周部に前記リード配線と電気的に接続された接続端子部を形成してなるセラミックヒータにおいて、前記抵抗発熱体及び前記リード配線が実質的に金属成分と無機成分とを含有する同一組成の導体材料によって前記棒状絶縁基体の中心から同心円領域に形成されているとともに、前記シェル部に離ぎ目が存在しないことを特徴とするものである。

【0014】また、かかる構成において、前記抵抗発熱体および前記リード配線における線幅および／または膜厚が異なること、ヒータの横断面内に、複数個の前記抵抗発熱体または前記リード配線が、等間隔をもって同心円領域に形成されてなることが望ましい。

【0015】さらに、窒化ケイ素製セラミックヒータの製造方法としては、窒化ケイ素を主成分とするセラミック組成物によって、棒状のコア成形体を作製するa工程と、前記棒状の成形体の表面に、金属成分と無機成分とを含有する実質的に同一組成の導体材料によって抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを被着形成するb工程と、前記棒状のコア成形体を前記セラミック組成物を含むスラリー中に浸漬後、乾燥して、前記棒状のコア成形体の表面に絶縁性のシェルを形成するc工程と、前記工程によって得られた複合成形体を非酸化性

雰囲気中で焼成するd工程と、を具備することを特徴とするものである。

【0016】また、かかる製造方法によれば、前記b工程が、所定の転写シートに抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを形成した後、該パターンを前記棒状のコア成形体表面に転写する工程からなること、前記焼成を、加圧された窒素ガス雰囲気中で焼成することが望ましい。

#### 【0017】

【作用】本発明の窒化ケイ素製セラミックヒータによれば、窒化ケイ素質セラミックスからなるコア部と、その周間に形成されたシェル部とから構成される棒状絶縁基体内部に、抵抗発熱体およびリード配線を実質的に同一組成の導体材料によって前記棒状絶縁基体の中心から同心円領域に形成し、また前記シェル部を離ぎ目のない構造とすることにより、繰り返し急温度加熱した場合においても、ヒータを構成する各構成部材、即ち、絶縁基体、抵抗発熱体およびリード配線による物性差等による応力の発生を低減することができ、絶縁基体へのクラックの発生や抵抗発熱体およびリード配線の断線などを防止し、セラミックヒータの耐久性を高めることができる。

【0018】特に、前記抵抗発熱体および前記リード配線は、金属成分と絶縁成分とを含有する実質的に同一組成の導体材料によって形成するために線幅および／または膜厚を変えることにより抵抗比率を調整することが可能であり、ヒータの横断面内において、複数個の前記抵抗発熱体または前記リード配線を等間隔をもって同心円領域に形成することによって、さらに応力の集中を防止することができ、さらに耐久性を高めることができる。

【0019】また、製造方法として、窒化ケイ素質セラミック組成物からなる棒状コア成形体表面に、実質的に同一組成の導体材料によって抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを被着形成した後、前記セラミック組成物を含むスラリー中に浸漬後、乾燥して、前記棒状のコア成形体の前記抵抗発熱体パターンおよび前記リード配線パターンの表面に絶縁性のシェルを形成することによって、シェルを離ぎ目なく均一な厚みで形成することができ、その結果、その複合成形体を焼成した場合においても、ヒータ全体として均一な焼成収縮挙動によって焼成時のクラックや断線などの発生を抑制することができる。

【0020】特に、コア成形体の表面への抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンの形成を所定の転写シートからの転写によって形成することによって、曲面からなるコア成形体へのパターンを容易に且つ歩留りよく形成することができる。しかも、この方法ではシート状成形体を作製する必要がないために、シート成形技術が不要であり、それの巻き付け処理などの複雑な工程も不要となるために従来に比べて工程の簡略化と製造コスト

の低減を図ることができる。また、前記焼成を、加圧された窒素ガス雰囲気中で焼成することを特徴とするものである。

#### 【0021】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳説する。本発明のセラミックヒータの概略斜視図を図1（a）に、またその長手方向の断面図を図1（b）に示した。図1に示すように、本発明の窒化ケイ素製セラミックヒータは、窒化ケイ素質セラミックスからなる棒状の絶縁基体1の内部に、抵抗発熱体2および一对のリード配線3が埋設されており、絶縁基体1の外周部には、リード配線3と電気的に接続された一对の接続端子部4が形成されている。

【0022】また、図2に、図1のセラミックヒータの（a）抵抗発熱体2形成部（Y<sub>1</sub> - Y<sub>1'</sub>）の横断面図、（b）リード配線3形成部（Y<sub>2</sub> - Y<sub>2'</sub>）の横断面図、（c）接続端子部（Y<sub>3</sub> - Y<sub>3'</sub>）の横断面図をそれぞれ示した。

【0023】図2から明らかなように、本発明のセラミックヒータにおける絶縁基体1は、セラミックコア部1aとそのシェル部1bによって構成されており、抵抗発熱体2、リード配線3は、いずれも少なくとも1対の配線としてセラミックコア部1aの周間に埋設された構造からなることから、セラミックヒータの各横断面において抵抗発熱体2またはリード配線3が棒状の中心Cからそれぞれr<sub>1</sub>、r<sub>2</sub>、r<sub>3</sub>の同心円領域に形成されている。このように、抵抗発熱体2やリード配線3を同心円領域に形成することにより、局所的な応力の発生を防止し、過酷な熱サイクル印加時においても歪みの発生を抑制し耐久性を高めることができる。なお、同心円領域とは、各横断面における中心からの距離の差が±0.2mm程度まで許容しえることを意味する。

【0024】また、望ましくは、図2に示すように、抵抗発熱体2、リード配線3は、各横断面において偶数個（図2では4本）形成し、これらはそれぞれ同心円領域において等間隔にて形成することによって、さらに歪みの発生を抑制することができる。

【0025】なお、上記シェル部1bは、その厚みが0.3~1.5mmであることが望ましい。これは、上記厚みが1.5mmよりも厚いと、ヒータ表面の昇温速度が遅くなり、0.3mmよりも薄いと、熱衝撃により破壊が生じてしまうためである。

【0026】上記構成のセラミックヒータにおいては、抵抗発熱体2およびリード配線3は、いずれも導体材料によって形成されるものであるが、抵抗発熱体2のみによる加熱効率を高めるために抵抗発熱体2とリード配線3との抵抗比率（抵抗発熱体2/リード配線3）が大きいことが望まれている。

【0027】かかる抵抗調整にあたり、抵抗発熱体2およびリード配線3が例えば、導電性成分と絶縁性成分と

の含有比率を変えた異なる導体材料によって形成した場合、つまり、抵抗発熱体2を高抵抗導体によって、それよりリード配線3を低抵抗導体によって形成した場合、それぞれの導体材料の熱膨張特性や焼成収縮率、導電成分の粒径が異なるなどの他の物性が異なるために、絶縁基体との同時焼成時、または熱サイクルが印加された場合にヒータ全体として歪みなどが生じやすくなり耐久性が低下してしまう。

【0028】本発明のセラミックヒータによれば、抵抗発熱体2およびリード配線3がいずれも同一組成の導体によって形成されているために、抵抗発熱体2およびリード配線3との抵抗比率を高めるためには、それぞれの導体の膜厚や線幅によって調整するものである。その際、抵抗発熱体2とリード配線3との膜厚差が大きくなると、その段差部が異常加熱によって応力集中が発生し、断線や絶縁基体の破壊などが生じてしまう恐れがあるために、抵抗発熱体2およびリード配線3との間に抵抗発熱体2の膜厚よりも大きく、リード配線3の膜厚よりも小さい中間の膜厚を有する接続用配線5を配設することが望ましい。

【0029】前記導体材料の同一性については、導体中ににおける金属成分の含有比率によって定め、その含有量が±5体積%以内までが許容でき、その差が5体積%を超えると導体間の特性が代わり、耐久性が低下する。

【0030】なお、本発明のセラミックヒータにおいて、リード配線3と絶縁基体1の外周部に形成された接続端子部4とは、図1（b）、図2（c）に示すように、絶縁基体1に形成されたスルーホール導体6によって電気的に接続されており、接続端子部4には、コバール合金、インバール合金等の低熱膨張金属からなる金属端子7がスポット溶接またはロウ材によって接続されている。

【0031】前記スルーホール導体6は、図2（b）の横断面図に示すように、スルーホール導体6の接続端子部4との接続部付近が接続端子部側にホール径が大きくなるテープ部8を有していることが望ましい。これは、スルーホール導体6に熱膨張差によって生じる応力を緩和し、耐久性を向上させるためである。

【0032】また、このスルーホール導体6は、図2（b）の横断面図に示すように、棒状の絶縁基体1に対して棒状の絶縁基体1の中心に対して対照となる位置に形成することが望ましい。これは、端子の接着工程を簡易化するとともに、スルーホール導体の形成による歪みの発生を抑制するためである。

【0033】このように構成されたセラミックヒータには、2つの金属端子7を介して図示しない電源から抵抗発熱体2へと電流が供給され、電流が抵抗発熱体2を通過する際に電気エネルギーが熱エネルギーに変換され、ヒータの先端部の温度が上昇するようになっている。

【0034】（絶縁基体）本発明の窒化ケイ素製セラミ

ックヒータにおける絶縁基体1は、耐熱衝撃性および高強度を有し、且つ耐久性を高めるために窒化ケイ素を主成分とするセラミックスから構成されるものである。

【0035】この窒化ケイ素質セラミックスは、 $\beta$ 型窒化ケイ素を主結晶相とするものであり、その粒界相には、焼結助剤成分として、希土類元素、酸素およびケイ素を少なくとも含む結晶相あるいはガラス相により構成される。望ましくは、粒界には結晶相が存在していることが望ましく、特にダイシリケート( $RE_2Si_2O_7$ )結晶相を主として析出させるのがよい。粒界結晶相としてダイシリケート相を主として析出させることにより、絶縁体が発熱時に外気の酸素と接触した場合においても高い耐酸化性を有することとなり、母材の酸化による腐食を防止し母材の長期安定性を高めることができるのである。

【0036】また、絶縁体の焼結体粒界にダイシリケート相を析出させることに関連して、焼結体中の全希土類元素の酸化物換算と、不純物の酸素の $SiO_2$ 換算量との $SiO_2/RE_2O_3$ で表されるモル比が2以上であることが望ましい。

【0037】この不純物の酸素量とは、全酸素量から焼結助剤等として添加した希土類元素酸化物やその他の酸化物( $SiO_2$ を除く)に化学量論比率で結合する酸素を差し引いた残りの不純物酸素量であり、具体的には窒化ケイ素粉末中に含まれる不純物酸素、あるいは $SiO_2$ 粉末として添加された酸素からなるものである。また、焼結体の粒界は、完全に結晶化させる事によりさらに耐久性を向上させることができる。

【0038】なお、上記 $SiO_2/RE_2O_3$ 比が2より小さく、粒界相に窒素成分が多く含むYAM相やアバタイト相等の窒素を含む結晶相が主として生成しこれにより耐酸化性が劣化してしまう。ただし、 $SiO_2/RE_2O_3$ 比が過度に高くなると緻密化を阻害するため、上記モル比は5以下に制御することが望ましい。

【0039】窒化ケイ素質セラミックス中に含まれる希土類元素としては、 $Y$ 、 $Er$ 、 $Yb$ 、 $Lu$ 、 $Sm$ などが多い。これらの元素間での室温特性は大きな有意差はないが、高温特性は生成する粒界相の融点に依存する。従って、生成するダイシリケートの融点がより高いことから判断すると $Lu$ 、 $Yb$ 、 $Er$ が好ましい。この希土類元素は焼結体中に酸化物換算で1~10モル%、特に2~5モル%の割合で存在することが望ましい。

【0040】また、上記窒化ケイ素質セラミックスにおいては、焼結体中に含まれる $Al$ 、 $Mg$ 量が酸化物換算による全量で1.0重量%以下、特に0.5重量%以下、さらには0.1重量%以下であることが望ましい。それは、これらの成分が上記よりも多くの量で存在すると、粒界結晶化が阻害されやすく、所望の耐酸化性が得られなくなる場合があるためである。上記金属元素の陽イオン不純物元素として、 $F$ 含有量が10000ppm

m以下、 $Cr$ 、 $Ni$ 等の他の金属はそれぞれ10000ppm以下であることが望ましい。

【0041】なお、上記窒化ケイ素質セラミックス中には、周期律表第4a、5a、6a族元素金属や、それらの炭化物、窒化物、ケイ化物、または、 $SiC$ などの分散粒子やウイスカーやを適量添加分散させて複合化し特性の改善を行なうことも当然可能である。

【0042】(導体材料)また、抵抗発熱体2、リード配線3、接続用配線5は、絶縁基体1と同時に焼成によって形成されていることが望ましい。絶縁基体1として窒化ケイ素質セラミックスを用いる場合には、 $W$ 、 $Ta$ 、 $Mo$ 及びその炭化物、窒化物の群から選ばれる少なくとも1種を主成分とするものであって、さらにこの主成分に対して、分散物質として、窒化ケイ素、窒化ホウ素および炭化ケイ素のうちの少なくとも1種を含有させることが望ましい。

【0043】この分散物質は、抵抗発熱体2の抵抗を調整するための助剤、熱膨張特性を絶縁基体と近似させるための助剤、絶縁基体1との同時焼成性と、絶縁基体1への密着性を高めるための助剤、さらには抵抗発熱体の粒成長を制御するためのものであり、上記主成分100重量部に対して窒化ホウ素は1~10重量部、窒化ケイ素は5~30重量部、炭化ケイ素は2~15重量部の割合でそれぞれ分散させることが望ましい。

【0044】また、上記の導体からなる抵抗発熱体2、リード配線3、接続用配線5の絶縁基体1との接触界面には、導体中の主たる金属のケイ化物相、例えば、 $WSi_2$ 、 $TaSi$ 、 $MoSi_2$ 等のケイ化物相が存在する場合があるが、その場合、ケイ化物相の厚さは1.0μm以下、特に5μm以下であることが望ましい。

【0045】(製造方法)本発明の窒化ケイ素質セラミックヒータを製造するための一例について、具体的に説明する。

(a)まず、棒状の絶縁基体を形成する主原料として、陽イオン不純物量が10000ppm以下の $\alpha$ 型または $\beta$ 型の窒化ケイ素粉末を用いる。そして、この窒化ケイ素粉末に対して、焼結助剤として、希土類元素酸化物を1~10モル%、特に2~5モル%の割合で添加する。また、添加成分として、他に $SiO_2$ を添加して酸素量を調整することもできる。また、 $Al_2O_3$ 、 $MgO$ 等は高温時の強度を高める上で、合計で1.0重量%以下、特に0.5重量%以下、さらには0.1重量%以下に抑制することが望ましい。

【0046】なお、前述したように焼結体粒界をダイシリケート結晶相を析出させる上で成形後の成形体中の不純物酸素の $SiO_2$ 換算量と、周期律表第3a族元素の酸化物換算量との $SiO_2/RE_2O_3$ モル比率を2以上となるように調整する。

【0047】そして、これらをポールミル等により混合粉碎する。このようにして得られた混合粉末を公知の成

形方法、例えば、押出成形法によって棒状成形体を作製し、これを乾燥後、必要な長さに切断して、コア成形体を作製する。このコア成形体は、押出成形法以外に、射出成形法、鋳込成形法によっても作製することができる。

【0048】こうして作製したコア成形体は、後述する導体パターン形成前に、脱脂、仮焼工程を施しておくことが望ましい。これは、コア部の脱バインダー時にパターン部に脱ガスに伴う積層欠陥が生じ易くなるためである。

【0049】脱脂工程は、非酸化性雰囲気中で300～1000℃で実施すればよく、また仮焼処理は、非酸化性雰囲気中で1200～1500℃で熱処理して相対密度1.4～1.6 g/cm<sup>3</sup>程度まで緻密化しておくことが望ましい。

【0050】(b) 次に、得られた棒状の成形体の表面に、平均粒径が0.1～1.0 μmの前述したようなタンゲステン、モリブデンなどの導体成分に対して、窒化ケイ素などの絶縁成分を添加して抵抗調整し、導体ペーストを調製する。そして、この導体ペーストを用いて抵抗発熱体、リード配線のパターンを被着形成する。

【0051】この抵抗発熱体およびリード配線パターンの形成には、転写法を用いることが望ましい。この転写法によれば、まず、転写シートとして樹脂フィルムを用意する。このフィルムはP E T (ポリエチレンテレフタート)、P P (ポリプロピレン)、P T F E (ポリtetraフロロエチレン)等が好適に用いられる。この転写フィルムのパターン形成面には、シリコーン樹脂等の離型剤があらかじめ塗布されていてもよい。

【0052】この樹脂フィルムの離型面を上側にし、スキージを駆動させることにより、タンゲステンなどの導体材料と窒化ケイ素などの絶縁材料などによって抵抗調整された導体ペーストを抵抗発熱体パターン、リード配線パターンにスクリーン厚膜印刷する。なお、抵抗発熱体パターン、リード配線パターンの膜厚が異なる場合には、数回に分けて転写シートにスクリーン厚膜印刷することが望ましい。

【0053】次に、上記印刷面において、抵抗発熱体パターン、リード配線パターンの厚み、およびそれらの膜厚差によって印刷面は凹凸面からなるためにこの凹凸面を均一化するために、窒化ケイ素セラミック組成物からなるペーストを抵抗発熱体やリード配線パターン間に、上記と同一方法にてスクリーン厚膜印刷して、リード配線パターン部と抵抗発熱体パターン部の全体厚み差が2.0 μm以下となるようにすることが望ましい。

【0054】さらに、その抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンの表面には、コア成形体と同様の窒化ケイ素セラミック組成物からなる5～30 μmの窒化ケイ素質のオーバーコート層を厚膜印刷することが望ましい。

【0055】そして、十分に乾燥後、一軸プレス機等によって転写シート、各導体パターンおよびオーバーコート層を圧着する。これは、各導体パターンおよびオーバーコート層からなる転写層の厚さを均一化し、さらに、抵抗発熱体4中のボアをなくし、焼成時のネックの生成を一定にできるようというメリットがある。つまり、抵抗発熱体4中のボアをなくし、焼成時のネックの生成を一定にできるようというメリットがある。つまり、抵抗発熱体4中のボアをなくし、焼成時のネックの生成を一定にできるようというメリットがある。つまり、抵抗発熱体4中のボアをなくし、焼成時のネックの生成を一定にできるようというメリットがある。

【0056】なお、転写シートの印刷面は、転写工程が実施されるまでの間、離型保護シート等によって保護しておくことが望ましい。また、転写シートには、複数組の抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを形成することにより量産性を高めるともできる。

【0057】そして、上記のようにして転写シート表面に形成された抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンをオーバーコート層とともに(a)工程によって作製されたコア成形体の表面に転写する。

【0058】転写工程では、まず、抵抗発熱体パターン、リード配線パターンを印刷した転写シートから1組のパターンを適宜裁断して作製し、その表面に密着層をスクリーン印刷した後に、コア成形体の表面に抵抗発熱体パターン、リード配線パターンをオーバーコート層とともに密着層を介してコア成形体の表面に密着し、転写シートのみを剥がすことにより転写することができる。

【0059】(c)その後、抵抗発熱体、リード配線のパターンが転写されたコア成形体の表面に、シェルとなる絶縁層を形成してヒータ成形体を作製する。この絶縁層の形成にあたっては、コア成形体を、前記窒化ケイ素質のセラミック組成物を含むスラリーを調製し、このスラリー中に浸漬後、乾燥して、前記棒状のコア成形体の前記抵抗発熱体パターンおよび前記リード配線パターンの表面に絶縁性のシェルを形成することができる。被覆の厚みは、スラリーの粘度や浸漬後の引き上げ速度などによって容易に調製することができる。

【0060】(d)そして、上記のようにして作製したヒータ成形体を1700～1900℃の窒素含有雰囲気中で焼成する。この時、焼成温度によっては窒化ケイ素が分解する場合があるために、窒素圧1.5気圧以上の加圧室窒素雰囲気中で焼成することが望ましい。特に、窒素ガス加圧焼成では、1700～1800℃、1.5～3.0気圧の窒素圧力中で焼成したことにより、緻密化とともに、抵抗発熱体などの導体のケイ化による形成を抑制できる。

【0061】さらには、上記の焼成方法の後に、1000気圧以上の不活性雰囲気中で1600～1900℃で

熱間静水圧焼成を行うことによりより耐久性に優れた焼結体を作製することができる。

【0062】(e) なお、接続用端子部およびリード配線と接続するためのスルーホール導体は、焼成後に、レーザーやマイクロドリルによって棒状の焼結体の所定箇所にスルーホールを形成し、そのスルーホール内にA u、P d、P tのうち少なくとも1種を主成分とする導体ベーストを充填した後、さらに棒状焼結体の表面に上記組成の導体ベーストを接続用端子部のパターンに印刷塗布し、1100～1200°Cで焼き付け処理することによって形成できる。

【0063】また、他の方法としては、(c) 工程後のヒータ成形体に対して、同様にスルーホールを形成した後、抵抗発熱体などを形成したベーストを充填し、また接続用端子部のパターンを印刷した後、前述した焼成条件で焼成してもよい。

【0064】なお、スルーホール導体形成時に、接続端子部側のホール径が大きくなるようなテープ形状を形成することが望ましいが、このテープ形状は、接続用端子部側からレーザー光を照射してホール形成することにより形成できる。

【0065】(f) その後、上記の接続端子部に対して、予めN1リードにコバルト合金製パッドを抵抗溶接させた後、このパッド部を接続用端子部にロウ付けによって接合、または超音波溶接することにより、セラミックヒータが完成される。

【0066】以下、本実施形態のセラミックヒータの製造方法に関する特徴的な作用効果を列挙する。(1) 従来のようなセラミック質シート材が使用されないことから、高価なドクターブレード装置も不要になり、設備コストを削減することができる。また、技術的困難な厚膜シートの作製が不要、かつ、複数枚積層が不要であり、コスト削減が可能となる。

【0067】(2) 転写シート平面に対して導体ベーストを一旦印刷塗布した後、転写するために、従来のような棒状のコア成形体の曲面に対して印刷を行う際の不都合は解消される。即ち、抵抗発熱体を精度よく形成することができるため、抵抗値の制御(安定化)が可能となり、抵抗歩留を向上でき、コストダウンが可能となる。

【0068】(3) 従来のホットプレス焼成を用いることなく、窒素加圧焼成にて形成可能なため、研削加工工程が削減でき、かつ大量焼成が可能となり大幅なコスト低減を図ることができる。

【0069】(4) 転写シートに形成されたパターンなどを転写前に一軸プレスによって平坦化することによって、印刷面の凹凸がなくなり、転写、絶縁層被覆後の積層欠陥がなくなり、耐久性能が向上できる。

【0070】  
【実施例】実施例1

(a) まず、陽イオン不純物量が1000 ppm以下のα率90%の窒化ケイ素粉末84重量%に、焼結助剤としてYb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を12重量%、酸化ケイ素を窒化ケイ素粉末中の酸素量をSiO<sub>2</sub>換算した量との合計が3重量%、酸化タンゲステン1重量%からなる組成物をパルミルにて72時間混合攪拌した。

【0071】この混合物を取り出し、乾燥後、有機成分として、メチルセルロース、ポリビニルアルコール樹脂、溶媒としてグリセリン、水を添加して攪拌後抔土を作製し、押し出し成形にて直径が3.2mmの棒状のコア成形体を作製した。

【0072】(b) 次に、タンゲステン90重量%と上記窒化ケイ素組成物10重量%をアクリル樹脂、テルビネオール、分散剤、および溶剤としてアセトンを添加して回転ミルにて混合攪拌後、アセトンを脱気して導体ベーストを調製した。

【0073】この導体ベーストを用いてスクリーン印刷により、PETフィルム上に抵抗発熱体、リード配線をそれぞれ順次所定の厚みにスクリーン印刷法によって形成した。なお、抵抗発熱体と接続用配線との接続部、および接続用配線とリード配線との接続部が図1(b)に示すようなテープとなるように加工した。その後、抵抗発熱体、リード配線の表面に、前記窒化ケイ素組成物を含有するスラリーを塗布してオーバーコート層を形成した、埋め込み乾燥させた。

【0074】そして、上記の転写シートの転写面に、窒化ケイ素質セラミック組成物にアクリル樹脂、テルビネオール、分散剤、および溶剤としてアセトンを添加して回転ミルにて混合攪拌後、アセトンを脱気して調整した密着層をスクリーン印刷した後、前記コア成形体の表面に密着させ、PETフィルムのみ引き剥がし、抵抗発熱体、リード配線およびオーバーコート層をコア成形体表面に転写させた。

【0075】(c) その後、窒化ケイ素組成物にチラール樹脂、グリセリン、脱泡剤、および溶剤として水を添加して回転ミルにて混合攪拌後、脱気して肉づけ用のスラリーを調製し、このスラリーに前述の転写液のコア成形体を浸没、引き上げ、乾燥を繰り返して肉づけしてヒータ成形体を作製した。

【0076】そして、このヒータ成形体を900°Cにて有機分を分解させた後、70気圧の窒素ガス圧力雰囲気下にて1850°Cにて11時間焼成した。

【0077】その後、棒状の焼結体の端部に側面からレーザー光によってリード配線に到達するホール径が0.4mmのスルーホールを形成した後、金を主成分とするメタライズベーストを充填し、さらに棒状焼結体の側面のスルーホール導体形成箇所に接続用端子部となるパターンを上記金ベーストを印刷塗布した後、1100°Cにて真空焼成した。さらに直径0.2mmのNiからなるリード線を抵抗溶接したコバルト製パッドと1000°C

に熱処理して接合し、セラミックヒータを作製した。

【0078】作製したセラミックヒータは、直 径が3.2mm、長さ5.5mmの棒状体からなるものである。なお、絶縁基板のコア径は2.4mm、シェル部の平均厚みが0.4mmであった。また、抵抗発熱体の厚さは20μm、リード配線の厚さは250μmとし、抵抗発熱体とリード配線との間に厚さ80μmの接続用配線を介在させた。

【0079】また、抵抗発熱体およびリード配線は、いずれも横断面において4本配設し、互いに対称位置になるように形成した。また、抵抗発熱体およびリード配線は、いずれも横断面の観察の結果、ヒータの中心から1.6mm±0.2mmの同心円領域に形成されている。

【0080】作製したセラミックヒータに対して130°Cにて2分間電流を印加して発熱させた後、1分間電流を止め、これを1サイクルとして最高30000サイクルまでを行い、1000サイクル毎に陽極リードと陰極リードとのとの間の抵抗を測定した。そして、その抵抗値が初期抵抗の5%以上増大するまでのサイクル数を測定した。その結果、30000サイクル後においても全く抵抗変化がなく、しかもヒータにおいてクラックや断線なども全く見られなかった。

#### 【0081】比較例1

実施例1で作製した窒化ケイ素質セラミック組成物を用いてドクターブレード法によって作製した厚み300μmのグリーンシートを作製し、このシートの表面に実施例1と同様にして抵抗発熱体パターンおよびリード配線パターンを印刷塗布し、さらにその表面に実施例1と同じ密着層を形成した。

【0082】そして、実施例1で作製したコア成形体の表面にこのグリーンシートを巻き付け、外形を円柱体に研削加工する以外は、実施例1と同様にしてセラミックヒータを作製した。

【0083】作製したセラミックヒータに対して、実施例1と同様に抵抗変化が生じるまでのサイクル数を測定した結果、10000サイクルで抵抗変化が認められ、ヒータの継ぎ目付近から円周方向にクラック、断線が生じていた。

#### 【0084】比較例2

実施例1において、抵抗発熱体用およびリード配線用のペーストとして、導体成分であるタンゲステンの含有量を変えて抵抗を調製したペーストを作製し、抵抗発熱体用として高抵抗のペーストを、リード配線用および接続

用配線として低抵抗のペーストを用いて印刷塗布する以外は、上記と全く同様にしてセラミックヒータを作製し、同様の評価を行った。作製したセラミックヒータに對して、実施例1と同様に抵抗変化が生じるまでのサイクル数を測定した結果、12000サイクルで抵抗変化が認められ、抵抗発熱体とリード配線との境界部にクラックが生じていた。

#### 【0085】比較例3

実施例1で用いた窒化ケイ素質セラミック組成物を用いて、タンゲステンからなる金属線を抵抗発熱体形成部の横断面が図3に示すような断面となるように埋設した後、ホットプレス焼成によって1650°Cで1時間焼成した。

【0086】作製したセラミックヒータに対して、実施例1と同様に抵抗変化が生じるまでのサイクル数を測定した結果、10000サイクルで抵抗変化が認められ、ヒータのパターン幅方向にクラック、断線が生じていた。

#### 【0087】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によれば、室温から1000°C以上の高温まで加熱可能で、過酷な熱サイクルが付加された場合においてもヒータ内部での応力集中を防ぎ耐久性を高めることができる。また、本発明の製造方法によれば、従来のようなセラミック質シート材を作製したり、巻き付け処理などの複雑な工程も不要となるために従来に比べて工程の簡略化と製造コストの低減を図ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のセラミックヒータの(a)概略斜視図と、(b)一部切り欠き断面図である。

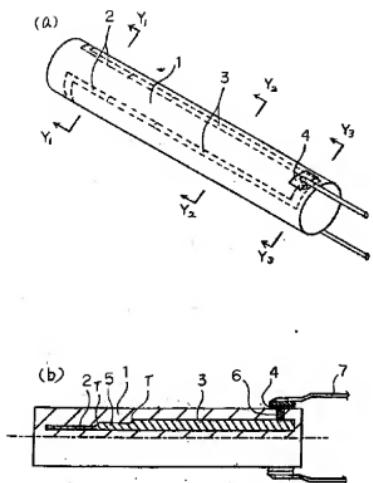
【図2】本発明のセラミックヒータの(a)抵抗発熱体2形成部( $Y_1-Y_1'$ )の横断面図、(b)リード配線3形成部( $Y_2-Y_2'$ )の横断面図、(c)接続端子部( $Y_3-Y_3'$ )の横断面図をそれぞれ示す。

【図3】従来のセラミックヒータの構造を説明するための横断面図である。

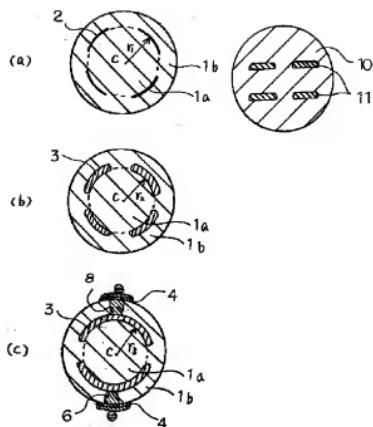
#### 【符号の説明】

- 1 絶縁基体
- 2 抵抗発熱体
- 3 リード配線
- 4 接続端子部
- 5 接続用配線
- 6 スルーホール導体

【図1】



【図2】



【図3】